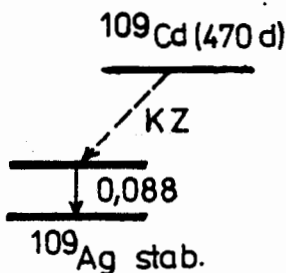


# Úloha č. 4

## SPEKTROSKOPIE GAMA ZÁŘENÍ S KRYSTALEM NaI(Tl)

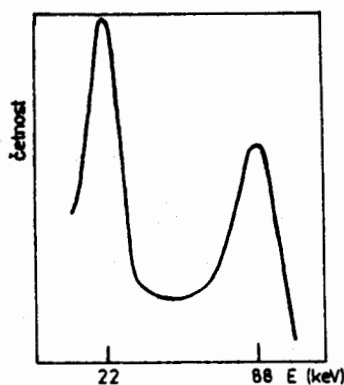
### Úvod

V předešlé úloze jsme se seznámili se základy energetického rozlišování a s integrálními spektry  $\gamma$  zářičů. Význam integrálních spekter pro rozlišování  $\gamma$  zářičů je však jen omezený, zvláště ve směsích více než dvou zářičů, protože se tato spektra překrývají a jejich tvar není pro určitý zářič charakteristický. Skutečné spektrum  $\gamma$  zářiče, pro daný zářič charakteristické (tzv. diferenciální nebo amplitudové spektrum), představoval zjednodušený ideální případ na obr. 14A. Šlo o zářič emitující jednu linii  $\gamma$  záření s malou energií ( $< 100$  keV), které je v krystalu NaI(Tl) absorbováno pouze fotoefektem. Příkladem takového zářiče je nuklid  $^{109}\text{Cd}$ . Jeho rozpadové schéma je na obr. 17 a spektrum na obr. 18. Nízkoenergetické  $\gamma$  zá-



Obr. 17

Rozpadové schéma  $^{109}\text{Cd}$

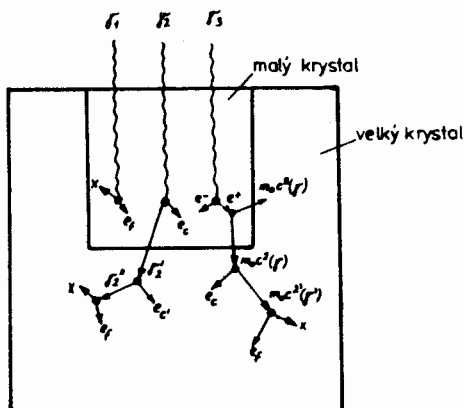


Obr. 18

Amplitudové spektrum  $^{109}\text{Cd}$

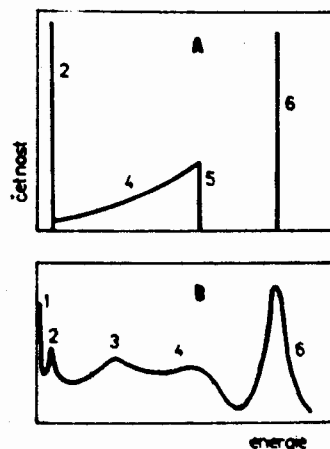
ření o energii 88 keV interaguje v krystalu fotoefektem (případ  $\gamma_1$  na obr. 19) a ve spektru se objevuje linie při 88 keV, tzv. fotopík. (Protože však  $^{109}\text{Cd}$  se přeměňuje na  $^{109}\text{Ag}$  K-záchytem je ve spektru ještě linie charakteristického rentgenova záření stříbra při 22 keV. V důsledku různých efektů (nehomogenita krystalu, nepravidelnosti v odrazu světla, nehomogenita fotokatody, fluktuace vysokého napětí na dynodách, statistické nepravidelnosti při vzniku malého počtu fotoelektronů na fotokatodě) se obě linie projevují ve skutečném spektru jako plochy.

Při vyšší energii  $\gamma$  záření ( $> 100$  keV) interaguje záření v krystalu převážně Comptonovým rozptylem (případ  $\gamma_2$  na obr. 19). Comptonův elektron  $e_c$  je zastaven v krystalu a dává vznik světelnému impulsu, jehož amplituda je úměrná jeho kinetické energii. Je-li krystal malý, Comptonův foton  $\gamma_2$  z krystalu uniká a jeho energie je pro registraci spektra ztracena.



Obr. 19

Schema dějů probíhajících při absorpci  $\gamma$  záření v krystalu



Obr. 20

Amplitudové spektrum  $^{137}\text{Cs}$

A - teoretické spektrum

B - skutečné spektrum

1 šum fotonásobiče, 2 K-linie

$^{137}\text{Ba}$ , 3 pík zpětného odrazu, 4 Comptonovo kontinuum, 5 hrana Comptonova kontinua, 6 fotopík

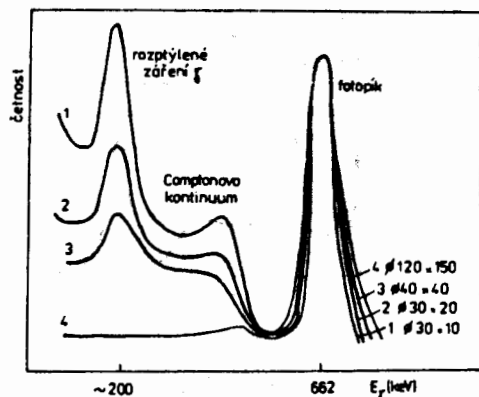
V tom případě vzniká pouze impuls odpovídající kinetické energii Comptonova elektronu, která je dána rozdílem energií původního a rozptýleného fotonu; v našem případě  $E_c = E_\gamma - E'_\gamma$ . Energie Comptonova elektronu se však může měnit spojitě - podle úhlu rozptylu - od nuly do maximální hodnoty dané vztahem ( $E_\gamma$  je energie původního fotonu v MeV)

$$E_{c,\max} = 4 E_\gamma^2 / (4 E_\gamma + 1),$$

takže před fotopíkem vzniká široký pás Comptonova kontinua. Jako příklad je na obr. 20 spektrum  $^{137}\text{Cs}$ , jehož rozpadové schéma je na obr. 15. V reálném spektru vidíme kromě linie fotopíku  $^{137\text{m}}\text{Ba}$ , K-linie  $^{137}\text{Ba}$  (po vnitřní konverzi) a Comptonova kontinua též tzv. pík zpětného odrazu kolem 200 keV. Vzniká tak, že Comptonovy fotony rozptýlené pod velkým úhlem a uniklé z krystalu se odrážejí od stěn krytu a odražené záření se znovu absorbuje v krystalu. Kromě toho se v oblasti nízkých energií projevuje šum fotonásobiče způsobený sprškami nízkoenergetických elektronů spontánně emitovaných z fotokatody. To znemožňuje měření  $\gamma$  zářičů s energií menší než asi 10 keV.

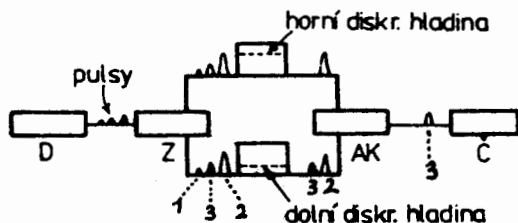
Ve větším krystalu může foton  $\gamma$  opět reagovat Comptonovým rozptylem (vzniká  $e_c^-$ ) a tento děj se může několikrát opakovat, až energie rozptýleného záření poklesne natolik, že nakonec dojde k interakci fotoefektem. Tyto stupňovité procesy jsou ve srovnání s rychlostí elektroniky registračního zařízení nesmírně rychlé, takže při absorpci všech postupně vzniklých částic v krystalu vzniká na výstupu fotonásobiče jeden impuls odpovídající původní  $E_\gamma$ . Na obr. 19 je spektrum zářiče  $^{137}\text{Cs}$  měřené

různě velkými krystaly NaI(Tl). Lze vidět, že s rostoucí velikostí krystalu se plocha fotonásobičky zvětšuje na úkor Comptonova kontinua. Krystal poskytující spektrum 4 je tzv. krystal úplně absorbující.



Obr. 21  
Spektra  $^{137}\text{Cs}$  měřená různě velkými krystaly

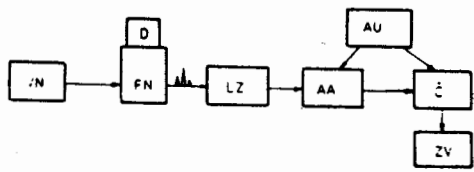
Získání amplitudového spektra  $\gamma$  zářiče umožňuje tzv. gama-spektrometr. Jeho základní součástí je amplitudový analyzátor impulsů, který z širokého amplitudového spektra přicházejícího z fotonásobičky vybírá impulsy s pouze určitou amplitudou. Děje se tak pomocí dvou diskriminátorů nastavených na různé diskriminační hladiny a zapojené na čítač impulsů přes antikoincidenční jednotku (obr. 22). Ta propouští na čítač signál jen tehdy jestliže signály z obou diskriminátorů na ni nepřišly současně (přijdou-li současně, antikoincidenční jednotka je eliminuje). Uvažme nyní



Obr. 22  
Schema funkce amplitudového analyzátoru impulsů  
D - detektor, Z - zesilovač, AK - antikoincidenční jednotka, Č - čítač

tři možné případy: a) impuls 1 s amplitudou menší než je nižší diskriminační hladina - impuls je eliminován dolním diskriminátorem; b) impuls 2 s amplitudou vyšší než je vyšší diskriminační hladina - impuls vyvolá signál v obou diskriminátorech a je eliminován antikoincidenční jednotkou; a konečně c) impuls 3, jehož amplituda spadá mezi obě diskriminační hladiny. Jedině takový impuls přichází na čítač, protože přivádí signál jen na jeden vstup antikoincidenční jednotky. Interval amplitud mezi oběma diskriminačními hladinami - tzv. kanál - je u některých přístrojů fixně nastaven výrobcem, většinou však bývá volitelný. Je-li např. rozsah amplitud impulsů přicházejících po zesílení na vstup analyzátoru 0,1 - 10 V, lze toto spektrum proměřit kanálem o šířce např. 0,1 V a registrovat postupně impulsy, jejichž amplituda je v intervalu 0,1 - 0,2; 0,2 - 0,3 atd.,

a tím získat amplitudové spektrum  $\gamma$  zářiče. Takto pracuje jednocanálový spektrometr. Jeho blokové schéma je na obr. 23.

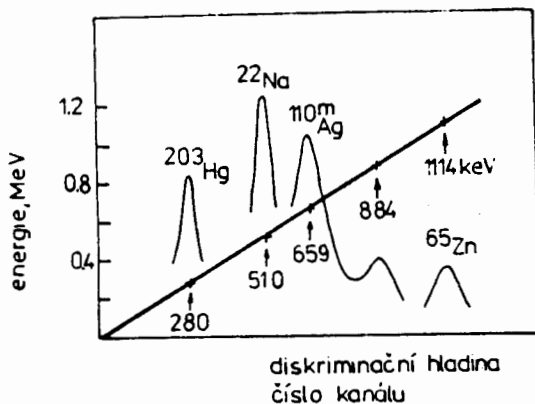


Obr. 23

Blokové schéma gama spektrometru

VN - zdroj vysokého napětí, D - detektor, FN - fotonásobič, LZ - lineární zesilovač, AA - amplitudový analyzátor, AU - automatika ovládající analyzátor a čítač, Č - čítač, ZV - zpracování výsledků

Důležitým parametrem určujícím kvalitu analyzátoru impulsů je lineární závislost výšky amplitudy na energii  $\gamma$  záření. Zjišťuje se pomocí několika  $\gamma$  zářičů (obr. 24). Na osu x se vynáší výška amplitudy odpovídající poloze fotopíku daného zářiče. Tato hodnota se odečte z naměřeného spektra. Při správné funkci analyzátoru, jako je tomu na obr. 24, je závislost přímková a prochází počátkem. V takovém případě ji lze použít pro zjišťování energie neznámých  $\gamma$  zářičů. Platí vždy pro určité pracovní napětí fotonásobiče a zesílení.



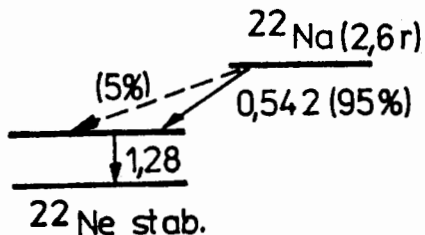
Obr. 24

Ověření linearity amplitudového analyzátoru (kalibrační graf gama spektrometru)

Vícekanálové spektrometry umožňují současné měření spektra v několika kanálech. Počet kanálů může být až 10 000.

Pro kvalitativní určování radionuklidů je důležitá rozlišovací schopnost detektoru. Na ní záleží, do jaké míry je spektrometr schopen rozlišit dva zářiče s blízkými energiemi  $\gamma$  záření. Rozlišovací schopnost se definuje (obvykle pro určitý zářič, často pro  $^{137}\text{Cs}$ ) jako šířka fotopíku (a) v jeho poloviční výšce a udává se relativně v % vzhledem k energii fotopíku, tj.  $(100 a)/E$ , kde šířka fotopíku i  $E$   $\gamma$  jsou vyjádřeny v keV. Rozlišovací schopnost krystalů NaI(Tl) bývá 5 - 15 %.

V úloze proměříme  $\gamma$  spektra radionuklidů  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{60}\text{Co}$  a  $^{22}\text{Na}$  (rozpadová schemata prvních dvou nuklidů jsou uvedena u úlohy č. 3, obr. 15 a 16, schema rozpadu  $^{22}\text{Na}$  je na obr. 25), určíme rozlišovací schopnost použitého detektoru, sestrojíme kalibrační graf spektrometru a použijeme jej k analýze spektra  $^{22}\text{Na}$ .



Obr. 25  
Rozpadové schema  $^{22}\text{Na}$

### Postup

1. Podle návodu k obsluze připravíme přístroj k měření. Nastavíme zadané pracovní napětí a zesílení, předvolbu času 20 s, a šířku kanálu 1 %, tj. 0,05 V. Zářič  $^{137}\text{Cs}$  dáme do oloveného krytu a proměříme amplitudové spektrum v zadaném rozmezí od 0,05 V tak, že potenciometrem 14 zvyšujeme dolní diskriminační hladinu po 0,05 V. Tomu odpovídá posun potenciometru 14 vždy o 10 dílků. Měříme tedy v intervalech 0,05 - 0,1; 0,1 - 0,15 atd.
2. Scintilační sondu vyndáme z krytu a umístíme ji do stojanu krystalem vzhůru. Zářič  $^{137}\text{Cs}$  položíme na krystal a za stejných podmínek znovu proměříme spektrum.
3. Za stejných podmínek proměříme vně krytu části spekter  $^{60}\text{Co}$  a  $^{22}\text{Na}$  v zadaných intervalech amplitud impulsů.

### Vyhodnocení

Naměřené výsledky uvedeme v tabelární a grafické formě. (Závislosti četnosti/20 s na amplitudě impulsu ve voltech). Je vhodné vynést všechna čtyři spektra do jednoho grafu.

Spektrum  $^{137}\text{Cs}$  porovnáme se spektrem teoretickým a popíšeme jeho jednotlivé části. Z fotopíku (662 keV) určíme rozlišovací schopnost detektoru.

Pro  $^{137}\text{Cs}$  a  $^{60}\text{Co}$  uvedeme v tabulce výšky amplitud odpovídající polohám fotopíků (odečteme ze spekter) a odpovídající energie  $\gamma$  záření (odečteme z rozpadových schemat). Z těchto dvojic hodnot sestrojíme kalibrační graf spektrometru (obr. 24) a zhodnotíme linearitu analyzátoru impulsů.

Kalibračního grafu použijeme též k:

- a) určení maximální energie Comptonova záření pro  $^{137}\text{Cs}$ . Za Comptonovu hranu považujeme inflexní bod sestupné části Comptonova kontinua před fotopíkem; zjištěnou hodnotu maximální energie porovnáme s hodnotou vypočtenou;
- b) interpretaci spektra  $^{22}\text{Na}$ ; určíme energie obou píků, porovnáme s rozpadovým schematem a vysvětlíme rozdíl ( $^{22}\text{Na}$  je pozitronický zářič, hodnota 0,542 MeV v rozpadovém schematu je maximální energie pozitronů a nesouvisí s měřením  $\gamma$  záření).

## Úloha č. 4.A

### Spektrometrie $\gamma$ záření s krystalem NaI(Tl)

#### Úvod

Tato úloha je alternativou k úloze č. 4, v níž se spektra  $\gamma$  zářičů měří krystalem NaI(Tl) ve spojení s jednokanálovým analyzátozem výšky impulsu. V úloze č. 4.A je instalován 256-kanálový analyzátoz. Princip spektrometrie  $\gamma$  záření je vyložen na str. 46 - 49 a je součástí této úlohy.

#### Popis přístroje

Analyzátoz MC2256 je 256-kanálový analyzátoz výšky impulsu, který umožňuje měření diferenciálních spekter radionuklidů nebo měření počtu impulsů v libovolně nastavitelném okně. Šířka jednoho kanálu odpovídá energii 4 keV. K přístroji lze připojit současně dvě scintilační detekční jednotky. K ovládání přístroje slouží membránová klávesnice (15). Veškeré ovládání je řešeno pomocí nabídek zobrazovaných na grafickém displeji (17). Výběr položek se provádí kurzorovými klávesami (19). Chceme-li některý údaj změnit, nastavíme kurzor (tmavé pole) na požadovaný údaj a potvrdíme volbu klávesou ENTER. Klávesa ESC (18) slouží k ukončení právě probíhající činnosti nebo k opuštění aktuální nabídky. Analyzátoz je napájen z externího zdroje 12 V. V případě výpadku zdroje funguje analyzátoz ještě 40 minut z vestavěného akumulátoru.

#### Postup

##### 1. Příprava přístroje k měření

Hlavní vypínač (11) přepneme do polohy ZAP. Potenciometrem (5) nastavíme optimální kontrast displeje. Zapnutím přístroje se na displeji zobrazí datum a čas. Případně chybné údaje opravíme. Potvrzením (ENTER) přejde režim do hlavní nabídky.

##### 2. Umístění zářičů

Zářič  $^{60}\text{Co}$  umístíme pod levý detektor (levá trasa), zářič  $^{137}\text{Cs}$  pod pravý detektor (pravá trasa).

##### 3. Automatická kalibrace spektrometru

V hlavní nabídce zvolíme REŽIM, potvrdíme, zvolíme režim SPEKTRUM a opět potvrdíme. Přejdeme do nabídky NASTAVENÍ, potvrdíme, zvolíme režim AUTOKALIBRACE a opět potvrdíme. Z nabídky nuklidů zvolíme  $^{137}\text{Cs}$  a pravou trasu (oba údaje potvrdíme). Vyčkáme ukončení kalibrace. Postup opakujeme pro  $^{60}\text{Co}$ . Tímto postupem je zvolen rozsah energií do 1524 keV pro levý detektor, do 1016 keV pro pravý detektor. Potvrzením kalibrace přejde režim analyzátozu do nabídky MĚŘENÍ.

#### 4. Měření spekter $^{60}\text{Co}$ a $^{137}\text{Cs}$

Nastavíme dobu měření 600 s a režim ČAS (časová předvolba). Spustíme měření (ENTER). Na displeji se zobrazuje spektrum zářiče pro trasu uvedenou na displeji. Na spektrum z druhé trasy přejdeme klávesou P resp. L. Po doměření přístroj přejde do základní nabídky.

Přejdeme do režimu ANALÝZA a nabídky SPEKTRUM. Na zobrazeném spektru  $^{137}\text{Cs}$  vymežíme oblast fotopíku - kurzor (svislá úsečka, posunujeme trvalým stiskem kurzorové šipky) nastavíme na začátek fotopíku, odečteme odpovídající energii ( $E_z$ ) a totéž provedeme pro konec fotopíku ( $E_k$ ). Zkontrolujeme kalibraci: při kurzoru nastaveném na maximum fotopíku se zobrazená hodnota energie nemá lišit od tabelované hodnoty o více než 4 keV (tj. jeden kanál). Postup opakujeme pro oba fotopíky ve spektru  $^{60}\text{Co}$ .

Přejdeme do nabídky OKNO. Pro trasu L nastavíme v prvním oknu rozsah 48 - 1542 keV pro zjištění celkového počtu impulsů z měření  $^{60}\text{Co}$ . V dalších dvou oknech nastavíme výše stanovené dolní a horní meze energie fotopíků  $^{60}\text{Co}$ . Vždy zaznamenáme počty impulsů v příslušných oknech. Pro trasu P stejným způsobem stanovíme celkový počet impulsů (rozsah energií 32 - 1016 keV v prvním oknu) a počet impulsů v oblasti fotopíku  $^{137}\text{Cs}$  (druhé okno).

#### 5. Měření pozadí (v celém rozsahu a v oblasti fotopíků)

Zářiče uložíme do kontejnerů. Doba měření zůstává 600 s. Spustíme měření (ENTER). Na displeji se průběžně zobrazuje spektrum pozadí pro trasu uvedenou na displeji. Spektrum měřené druhým detektorem zobrazíme příslušnou klávesou (P resp. L).

Přejdeme do nabídky ANALÝZA a zvolíme režim OKNA. Pro trasu L nastavíme první okno na rozsah 48 - 1542 keV, v dalších dvou oknech nastavíme výše stanovené dolní a horní meze energie fotopíků  $^{60}\text{Co}$ . Vždy zaznamenáme počty impulsů pozadí v příslušných oknech. Pro trasu P stejným způsobem stanovíme celkový počet impulsů (rozsah 32 - 1016 keV v prvním oknu) a počet impulsů v oblasti fotopíku  $^{137}\text{Cs}$  (druhé okno).

#### 6. Měření spekter $^{22}\text{Na}$ a $^{152}\text{Eu}$

Umístíme zářič  $^{22}\text{Na}$  pod pravý detektor,  $^{152}\text{Eu}$  pod levý detektor. Spektra změříme postupem podle bodu 4.

7. Tisk výsledků: podle návodu u úlohy.

#### Vyhodnocení

$^{137}\text{Cs}$  a  $^{60}\text{Co}$ : V tabulce uvedeme pro oba radionuklidy počet impulsů pozadí v celém rozsahu spektra ( $N_p$ ) a v oblastech fotopíků ( $N_p^f$ ), celkové počty impulsů zaregistrované v celém rozsahu spektra ( $N_{v+p}$ ), hodnoty korigované na pozadí ( $N_v$ ), počty impulsů v oblastech fotopíků ( $N_{v+p}^f$ ) a hodnoty korigované na pozadí ( $N_v^f$ ). Ze známých hodnot aktivit radionuklidů stanovíme účinnosti měření při použití celého spektra ( $\eta = R_v/A$ ) a při měření v oblasti fotopíku ( $\eta^f = R_v^f/A$ ), kde veličiny  $R_v$  a  $R_v^f$  jsou četnosti vyjádřené v imp/s.

**$^{22}\text{Na}$ : Energii naměřenou v maximu fotopíku porovnáme s teoretickou hodnotou (jde o pík odpovídající anihilačním fotonům).**

**$^{152}\text{Eu}$ : V tabulce uvedeme zjištěné energie fotopíků a jejich porovnání s tabelovanými údaji.**



## Úloha č. **4.B**

### **Spektrometrie $\gamma$ záření s polovodičovým detektorem**

#### Úvod

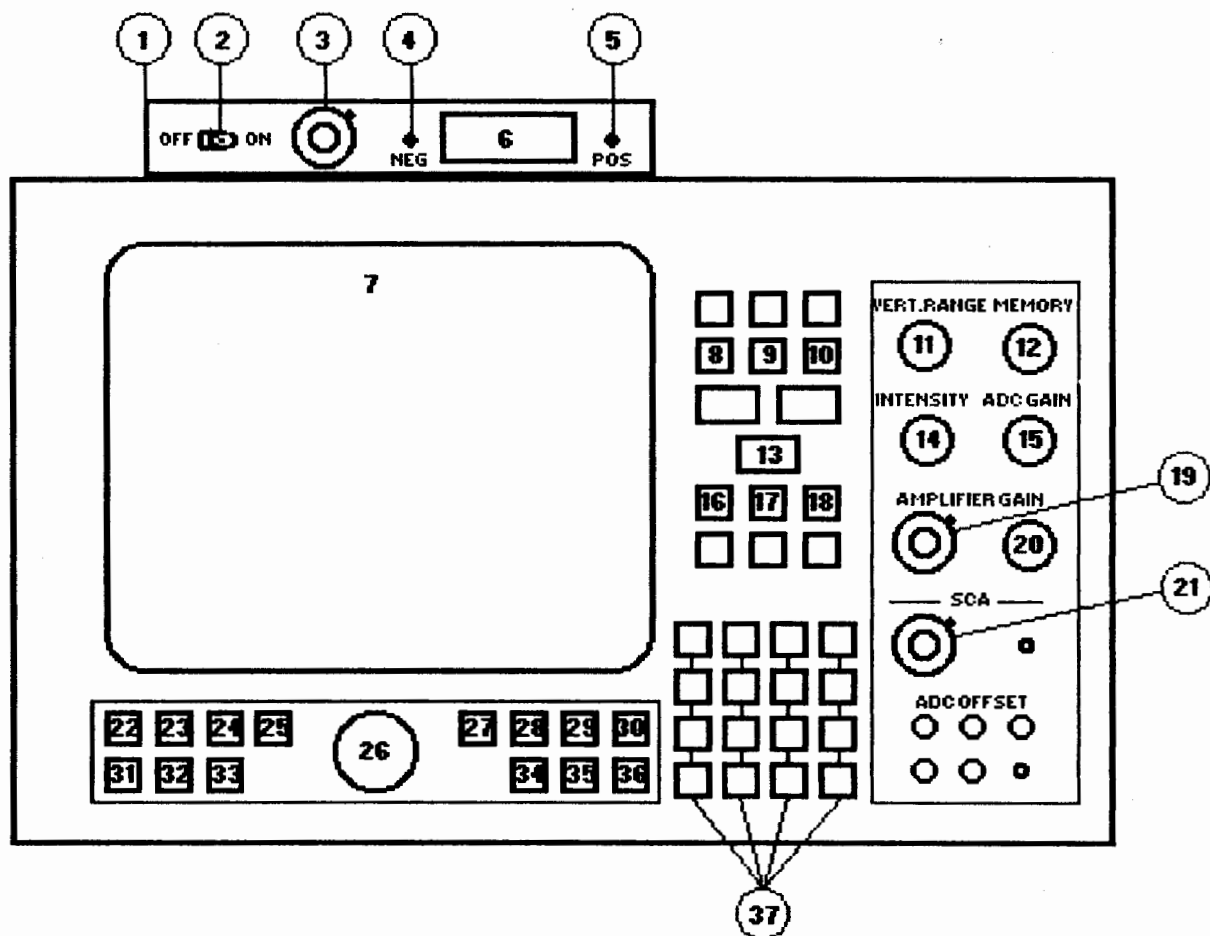
Tato úloha navazuje na úlohy č. 4 resp. 4A, které se týkaly měření spekter  $\gamma$  záření krystalem NaI(Tl). Princip spektrometrie  $\gamma$  záření je vyloženo na str. 46 - 49 a je součástí této úlohy, v níž se seznámíme s měřením spekter  $\gamma$  záření polovodičovým detektorem. V úloze je instalován germaniový detektor dopovaný lithiem (označuje se jako Ge(Li)) ve spojení s mnohakanálovým analyzátozem impulsů Canberra 35.

Polovodičové detektory jsou založeny na elektrických vlastnostech rozhraní p- a n-typu polovodičového materiálu. Detektor je tvořen křemíkem nebo germaniem typu p nebo n, na němž je vytvořena tenká vrstva polovodiče opačného typu. Připojí-li se k detektoru vysoké napětí tak, že záporná polarita je připojena k materiálu p a kladná k materiálu n, migrují volné nosiče náboje (díry a elektrony) vlivem elektrického pole podle polarit vloženo napětí k příslušným elektrodám a na rozhraní p-n vzniká určitý prostor značně ochuzený o volné nosiče náboje. Jeho vodivost je velmi nízká (podobně jako vodivost plynné náplně ionizačních detektorů) a představuje citlivý objem detektoru, tj. tu jeho část, která má schopnost registrovat ionizující záření. Vnikne-li částice záření do tohoto prostoru, vytváří ionizaci podél své dráhy páry elektron - díra. Takto vzniklé nosiče náboje migrují k příslušným elektrodám, což se projeví - podobně jako u plynových ionizačních detektorů - vznikem krátkého (~50 ns) proudového impulsu, který se převádí na impuls napěťový. V detektorech Ge(Li) je rozhraní p-n vytvořeno povrchovou vrstvičkou lithia, které se z jedné strany nechá do germania difundovat za zvýšené teploty. Citlivý objem s velkým odporem se pak vytvoří při vložení vysokého napětí na detektor, při čemž se využívá nízké ionizační energie lithia, které ionizuje na ionty  $\text{Li}^+$  a elektrony účinkem elektrického pole. Je-li kladná polarita připojena ke straně s vysokým obsahem lithia, migrují ionty  $\text{Li}^+$  k záporné elektrodě a přitom kompenzují akceptorové atomy v p-materiálu.

Rozlišovací schopnost detektorů Ge(Li) je mnohem lepší než u krystalového detektoru NaI(Tl). Fotopíky vykreslené detektory Ge(Li) jsou velmi úzké, což umožňuje analýzu komplikovaných směsí radionuklidů. Účinnost měření v oblasti úzkého fotopíku je však nižší. Detektory Ge(Li) musí být neustále uchovávány při teplotě kapalného dusíku, při pokojové teplotě by došlo ke změně koncentračního gradientu lithia a ke znehodnocení detektoru.

V úloze změříme spektra radionuklidů  $^{137}\text{Cs}$  a  $^{60}\text{Co}$ , zkalibrujeme na ně detektor, pro oba nuklidy určíme účinnost měření v oblasti fotopíku a pro fotopík  $^{137}\text{Cs}$  určíme rozlišovací schopnost detektoru. Dále změříme spektrum  $\gamma$  záření izotopu  $^{40}\text{K}$  ve vzorku hydroxidu draselného (přírodní draslík obsahuje 0,0119% izotopu  $^{40}\text{K}$ ) a spektrum vzorku horniny s vysokým obsahem přírodních radionuklidů. V tomto vzorku určíme přibližný obsah draslíku a porovnáním nalezených energií  $\gamma$  záření s tabelovanými hodnotami identifikujeme přítomné radionuklidy - členy přírodních rozpadových řad.

## Přední panel multikanálového analyzátoru Canberra 35



- |   |  |
|---|--|
| 1 Zdroj vysokého napětí (VN) Canberra 4261            | 21 Nastavení nuly energetické osy spektra SCA                          |
| 2 Hlavní vypínač zdroje VN                            | 22 Klávesa integrace spektra AREA INTEG                                |
| 3 Pětioháčkový potenciometr nastavení VN              | 23 Klávesa přenosu spektra v paměti XFER                               |
| 4 Kontrolka negativní polarity VN                     | 24 Klávesa překryvu s dalším spektrem OVLAP                            |
| 5 Kontrolka pozitivní polarity VN                     | 25 Klávesa posunu na další oblast zájmu INDEX                          |
| 6 Voltmetr VN (0 - 5000 V)                            | 26 Ovladač grafického kurzoru ve spektru SCAN                          |
| 7 Obrazovka   | 27 Klávesa posunu grafického kurzoru do základní pozice (kanál 0) HOME |
| 8 Klávesa mazání dat CLEAR DATA                       | 28 Klávesa rolování spektra ROLL v detailu                             |
| 9 Klávesa nastavení ukončení měření PRESET            | 29 Klávesa detailního zobrazení spektra WINDOW                         |
| 10 Klávesa mazání doby měření CLEAR TIME              | 30 Klávesa pro vyhlazení spektra SMOOTH                                |
| 11 Přepínač rozsahu svislé osy spektra VERTICAL RANGE | 31 Klávesa zrušení jedné oblasti zájmu CLEAR ONE                       |
| 12 Přepínač využití paměti MEMORY                     | 32 Klávesa pro ruční vymezení oblasti zájmu ENTER ROI                  |
| 13 Klávesa spouštění měření COLLECT                   | 33 Klávesa zrušení všech oblastí zájmu CLEAR ALL                       |
| 14 Potenciometr nastavení intenzity obrazu INTENSITY  | 34 Klávesa YES pro dialog s přístrojem                                 |
| 15 Přepínač rozsahu analyzátoru ADC GAIN              | 35 Klávesa NO pro dialog s přístrojem                                  |
| 16 Klávesa dialogu energetické kalibrace ECAL         | 36 Klávesa STORE pro ukládání parametrů                                |
| 17 Klávesa vyhledávání píků ve spektru PEAK           | 37 Číselná klávesnice  |
| 18 Klávesa dialogu odečítání spekter STRIP            |  |
| 19 Jemné nastavení zesilovače AMPLIFIER GAIN          |  |
| 20 Hrubé nastavení zesilovače AMPLIFIER GAIN          |  |

## Postup

1. Zapneme hlavní vypínač mnohakanálového analyzátoru Canberra 35 (vlevo dole na zadní stěně přístroje) a pomocný zdroj vysokého napětí. Potenciometrem INTENSITY si můžeme nastavit vhodnou intenzitu obrazovky.

2. Základní nastavení přístroje:

- a) Podle nabídky v dolní části obrazovky zadáme čas a datum. Z číselné klávesnice (37) zadáme čas ve tvaru *hh.mm* do aktuální proměnné X= a uložíme tlačítkem STORE (36), kurzor (\*) posuneme na datum tlačítkem NO, zadáme datum ve tvaru *dd.mm.rr* do proměnné X=, uložíme tlačítkem STORE a celé zadání potvrdíme tlačítkem YES.
- b) Přepínačem VERTICAL RANGE nastavíme rozsah svislé osy (počet impulsů) na 1K.
- c) Rozsah funkce analyzátoru ADC GAIN nastavíme na 1024 kanálů.
- d) Zkontrolujeme, zda přepínače posunu analyzátoru (ADC OFFSET) jsou vypnuty.

3. Nastavení parametrů měření:

- a) Využití paměti (MEMORY) (12) nastavíme na 1/4 (první čtvrtina paměti)
- b) Tlačítkem PRESET/K<sub>2</sub> (9) zvolíme funkci ukončení měření. To lze učinit buď volbou doby měření nebo volbou počtu impulsů. V našem případě použijeme časovou předvolbu TIME-L (tzv. živá doba měření, kdy se do nastavené doby měření nezapočítává doba trvání impulsů). Do proměnné X= zadáme z číselné klávesnice dobu měření pozadí 600 s, uložíme (STORE) a potvrdíme (YES). Zadaná doba měření se zobrazí v pravém dolním rohu obrazovky (PSET(L)600).
- c) Tlačítka CLEAR ALL (33) a CLEAR DATA (8) vymažeme z paměti dříve znamenáné údaje.

4. Měření pozadí:

Měření spustíme tlačítkem COLLECT (13). Aktuálně běžící doba měření se zobrazuje v pravém dolním rohu obrazovky v parametru ELAP(L). Po dobu měření svítí dioda na tlačítku COLLECT a spektrum pozadí se postupně vykresluje na obrazovce. (Během měření můžeme posouvat kurzor (svíslá čárka) ve spektru kolečkem SCAN (26). Poloha kurzoru udává číslo kanálu (CL = CH#), pod číslem kanálu se zobrazuje počet impulsů v příslušném kanálu. Kurzor vracíme do počáteční polohy (nultý kanál) tlačítkem HOME (27)). Po doměření zůstává spektrum pozadí (tj. počet impulsů pozadí v jednotlivých kanálech) uloženo v paměti spektrometru.

5. Měření spekter <sup>137</sup>Cs a <sup>60</sup>Co

- a) Nastavíme využití paměti (MEMORY) na 2/4, dříve uložené údaje vymažeme z paměti le (bod 3c) a podle bodu 3b nastavíme dobu měření 300 s.
- b) Na detektor položíme současně zářiče <sup>137</sup>Cs a <sup>60</sup>Co.
- c) Tlačítkem COLLECT spustíme měření. Pokud je zřejmé, že během měření počet impulsů v některém kanále přesáhne rozsah obrazovky, přepneme přepínač VERTICAL RANGE na vyšší hodnotu. Po skončení měření uložíme zářiče zpět do kontejneru.

6. Odečtení pozadí

Spektrum pozadí odečteme od spektra <sup>137</sup>Cs + <sup>60</sup>Co takto: funkci odečítání pozadí zvolíme tlačítkem STRIP (18, vedle obrazovky uprostřed). Objeví se nabídka Q (značí, kterou část

paměti budeme od spektra zářičů odečítat) - v našem případě je spektrum pozadí uloženo v první čtvrtině paměti (1/4), zadáme tedy "1". Uložíme (STORE). (Dole na obrazovce je nyní uvedeno Q#1 FROM Q#2, což znamená, že od spektra ve druhé čtvrtině paměti odečítáme spektrum uložené v první čtvrtině.) Klávesou NO posuneme kurzor na nabídku časového faktoru F. Faktor bere v úvahu nestejnou dobu měření zářičů a pozadí, a udává, jaký násobek pozadí má být odečten. V našem případě byla doba měření pozadí 600 s, doba měření zářičů 300 s, proto  $F = 300/600 = 0,5$ . Tuto hodnotu zadáme z klávesnice, uložíme (STORE) a potvrdíme (YES). Na obrazovce je nyní zobrazeno spektrum zářičů opravené na pozadí.

7. Vliv statistických chyb eliminujeme vyhlazením spektra tlačítkem SMOOTH.

8. Automatické vyhledávání fotopíků.

Zvolíme funkci PEAK (17), tlačítkem NO zvolíme parametr sigma 1,65 (90% spolehlivost výběru píků) a potvrdíme (YES). Opět zvolíme funkci PEAK. Nalezené píky se nyní automaticky postupně zvýrazňují jasněji svítícími body. Po skončení této procedury se ve spodní části obrazovky objeví parametry prvního nalezeného píku (je označen kurzorem) - jeho poloha, tj. počáteční (FROM CH#) a poslední (TO CH#) kanál, mezi nimiž se pík nachází, střed píku (CENT) a pološířka píku (FWHM). Střed píku si zaznamenáme pro kalibraci. Na další píky se posuneme tlačítkem INDEX (25) a vždy si zaznamenáme střed píku. (Jestliže přístroj najde jiný pík než přísluší měřeným nuklidům, zrušíme jej tlačítkem CLEAR ONE.)

9. Kalibrace stupnice energie.

- a) Zvolíme funkci ECAL (16). Tlačítkem NO zrušíme nabídku kalibrační rovnice z předešlého měření. Na dolním okraji obrazovky se objeví nabídka. Tlačítkem NO nastavíme kurzor na jednotku energie "keV" a potvrdíme (YES).
- b) Z klávesnice zadáme střed píku s nižší energií, tj. energii fotopíku  $^{137}\text{Cs}$ , jako celé číslo (objeví se u nabídky LOW: CH#) a uložíme (STORE). Tlačítkem NO přejedeme na parametr energie, zadáme tabelární hodnotu energie tohoto fotopíku v keV na jedno desetinné místo a uložíme (STORE).
- c) Tlačítkem NO přejedeme na třetí pík (druhý pík  $^{60}\text{Co}$ ) a postupujeme dále podle bodu 9b.
- d) Nyní všechny zadané hodnoty potvrdíme (YES). Na obrazovce se zobrazí kalibrační rovnice, kterou rovněž potvrdíme (YES). Pro kontrolu správnosti postupu kalibrace stiskneme tlačítko INDEX. Rozmezí (FROM/TO) a středy píků (CENT) se zobrazí v jednotkách energie (keV). Pro každý fotopík si zaznamenáme střed píku (CENT), jeho pološířku (FWHM) a plochu. Tu získáme stisknutím tlačítka AREA INTEG jako hodnotu u nabídky AREA (v impulsech).

10. Vypneme funkce ECAL a PEAK.

11. Měření spektra  $^{40}\text{K}$ :

Spektrum  $^{40}\text{K}$  získáme měřením vzorku hydroxidu draselného.

- a) Spektrum budeme ukládat do třetí čtvrtiny paměti (MEMORY 3/4), předešlé měření z paměti vymažeme (bod 3c), doba měření zůstává 300 s, rozsah svislé osy nastavíme na 1K.
- b) Marinelliho nádobku se vzorkem 0,5 kg KOH umístíme na detektor tak, že detektor je zasunut do dutiny nádoby. Měření spustíme tlačítkem COLLECT.

- c) Po ukončení měření odečteme pozadí podle bodu 6, zadáme časový faktor a spektrum vyhladíme (bod 7).
- d) Postupem podle bodu 8 vyhledáme pík  $^{40}\text{K}$  a zaznamenáme si jeho střed.
- e) Polohu píku  $^{40}\text{K}$  v keV získáme z kalibrační rovnice stanovené v předešlém měření: zvolíme funkci ECAL a kalibrační rovnici potvrdíme (YES). Parametry píku se zobrazí v keV. Zaznamenáme si polohu středu (CENT), pološířku (FWHM) a plochu (AREA) píku.

## 12. Měření spektra vzorku horniny

Zvolíme paměť 4/4, zadáme dobu měření 1800 s (viz bod 3b) a podle bodů 11b-c změříme spektrum 0,5 kg vzorku horniny v Marinelliho nádobě. Při odečítání pozadí zvolíme časový faktor 3 (doba měření vzorku/doba měření pozadí = 3). Provedeme kalibraci (bod 9a). Potvrdíme parametry pro kalibraci  $^{137}\text{Cs}$  a  $^{60}\text{Co}$  a tomu odpovídající kalibrační rovnici. Postupem podle bodu 8 vyhledáme fotopíky a zaznamenáme polohu středu, pološířku a plochu fotopíku  $^{40}\text{K}$ .

13. Vypneme zdroj vysokého napětí a hlavní vypínač spektrometru.

## Vyhodnocení

### a) Měření spekter $^{60}\text{Co}$ a $^{137}\text{Cs}$

V tabulce uvedeme pro  $^{137}\text{Cs}$  a  $^{60}\text{Co}$  aktuální aktivity [kBq] (vypočítáme z počáteční aktivity zářičů a poločasu přeměny), plochy píků [imp], dobu měření [s], naměřené energie píků [keV], pološířky píků [keV] a tabelované energie fotopíků [keV]. Z aktuálních aktivit a ploch fotopíků vypočítáme účinnosti měření v oblasti fotopíků. Pro fotopík  $^{137}\text{Cs}$  vypočítáme rozlišovací schopnost detektoru.

### b) Měření spekter $^{40}\text{K}$

Vypočítáme hmotnost draslíku a jeho obsah v hmotnostních % ve vzorku KOH. Z těchto hodnot a z ploch fotopíků  $^{40}\text{K}$  (oblast energie kolem 1460 keV) ve vzorcích KOH a horniny vypočítáme obsah draslíku v hornině. Z hmotnosti draslíku ve vzorku KOH, izotopového zastoupení  $^{40}\text{K}$  v draslíku (0,0119%) a přeměnové konstanty  $^{40}\text{K}$  vypočítáme měrnou aktivitu  $^{40}\text{K}$  hydroxidu draselného [ $\text{Bq kg}^{-1}$ ].

### c) Měření spektra vzorku horniny

V tabulce uvedeme energie nalezených fotopíků [keV] a na základě jejich porovnání s tabelovanými hodnotami určíme, které radionuklidy jsou přítomny ve vzorku.